



Production of activated charcoal beads or green moldings useful in stationary or fluidized bed uses rotary stirrer(s) for mixing carbonaceous powder with binder

Förster, Jochen; Feseker, Michael; Guderian, Joachim

Publication date:
2000

Document Version
Publisher's PDF, also known as Version of record

[Link back to DTU Orbit](#)

Citation (APA):
Förster, J., Feseker, M., & Guderian, J. (2000). Production of activated charcoal beads or green moldings useful in stationary or fluidized bed uses rotary stirrer(s) for mixing carbonaceous powder with binder.

General rights

Copyright and moral rights for the publications made accessible in the public portal are retained by the authors and/or other copyright owners and it is a condition of accessing publications that users recognise and abide by the legal requirements associated with these rights.

- Users may download and print one copy of any publication from the public portal for the purpose of private study or research.
- You may not further distribute the material or use it for any profit-making activity or commercial gain
- You may freely distribute the URL identifying the publication in the public portal

If you believe that this document breaches copyright please contact us providing details, and we will remove access to the work immediately and investigate your claim.



①⑨ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

①⑫ **Offenlegungsschrift**
①⑩ **DE 198 59 896 A 1**

⑤① Int. Cl.⁷:
C 01 B 31/14

②① Aktenzeichen: 198 59 896.3
②② Anmeldetag: 23. 12. 1998
④③ Offenlegungstag: 29. 6. 2000

DE 198 59 896 A 1

⑦① Anmelder:
Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der
angewandten Forschung e.V., 80636 München, DE

⑦④ Vertreter:
PFENNING MEINIG & PARTNER GbR, 80336
München

⑦② Erfinder:
Förster, Jochen, Dipl.-Ing., 44267 Dortmund, DE;
Feseker, Michael, Dipl.-Ing., 44135 Dortmund, DE;
Guderian, Joachim, Dr.-Ing., 44579 Castrop-Rauxel,
DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:
DE 44 16 576 C1
DE 42 34 785 C2
DE 195 38 373 A1
DE 43 07 926 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Verfahren zur Herstellung von kugelförmigen Aktivkohlen oder Aktivkohlerohlingen

⑤⑦ Es wird ein Verfahren zur Herstellung von kugelförmigen Aktivkohlen oder Aktivkohlerohlingen durch Mischen eines kohlenstoffhaltigen Pulvers mit einem Bindemittel beschrieben, wobei das kohlenstoffhaltige Pulver und das Bindemittel in einem Rührbehälter mit Hilfe eines oder mehrerer rotierender Rührorgane gemischt werden.

DE 198 59 896 A 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von kugelförmigen Aktivkohlen oder Aktivkohlerohlingen, welches den Schritt des Mischens eines kohlenstoffhaltigen Pulvers mit einem Bindemittel enthält.

Es existieren eine Vielzahl von Verfahren zur Herstellung von Formaktivkohlen, wie zylinderförmigen Pellets, Aktivkohlekörnern und Aktivkohlepulvern. Aus der DE 42 34 785 C2 ist beispielsweise bekannt, zur Herstellung von Formaktivkohlen zunächst Holzkohle mit einem granularen Zuschlagstoff zu mischen und dieses Feststoffgemisch anschließend auf eine Korngröße von weniger als 0,04 mm zu vermahlen. Das vermahlene Feststoffgemisch wird unter Zugabe eines Bindemittels in einer beheizten Misch-Knetmaschine zu einer verformbaren Masse homogenisiert. Diese Masse wird in einem beheizten Extruder zu zylindrischen Aktivkohlerohlingen extrudiert und die extrudierten Aktivkohlerohlinge werden anschließend im Drehrohrförmigen karbonisiert und aktiviert.

Derartige zylinderförmige Aktivkohlepellets eignen sich jedoch nicht für alle Anwendungen gleichermaßen. So besitzen beispielsweise kugelförmige Aktivkohlen gegenüber zylinderförmigen Aktivkohlepellets im Festbett eine geringere Neigung zur Kanalbildung und im Fließbett bessere Fließeigenschaften. Des weiteren lassen sich mit kugelförmigen Aktivkohlen besser definierte Schüttungen erzeugen.

Verfahren zur Herstellung kugelförmiger Aktivkohlen sind jedoch wenig bekannt. Zudem ist die Erzeugung einer kugel- bzw. kugelhähnlichen Form bei Herstellungsverfahren wie dem in der DE 42 34 785 C2 beschriebenen äußerst aufwendig.

Ausgehend von dieser Problematik liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung von kugelförmigen Aktivkohlen oder Aktivkohlerohlingen anzugeben, welches eine einfache und kostengünstige Produktion zuläßt.

Diese Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren gemäß Anspruch 1. Die Unteransprüche betreffen bevorzugte Ausgestaltungen und Weiterbildungen der Erfindung.

Erfindungsgemäß wird ein Verfahren zur Herstellung von kugelförmigen Aktivkohlen oder Aktivkohlerohlingen durch Mischen eines kohlenstoffhaltigen Pulvers mit einem Bindemittel vorgeschlagen, bei dem das kohlenstoffhaltige Pulver und das Bindemittel in einem Rührbehälter mit Hilfe eines oder mehrerer rotierender Rührorgane solange gemischt werden, bis im Rührbehälter die gewünschten kugelförmigen Aktivkohlen bzw. Aktivkohlerohlinge vorliegen. Mit diesem Verfahren können in einem einzigen Verfahrensschritt auf einfache Weise kugelförmige Aktivkohlen oder Aktivkohlerohlinge hergestellt werden.

Bei den Knetmaschinen des Standes der Technik bewegen sich Knetwerkzeuge gegeneinander oder gegen feststehende Flächen, so daß die Mischwirkung durch starkes Stauchen, Aufteilen und laminares Verschieben der Massen eintritt (Schaufelknetter, Walzenknetter, Schneckenknetter). Erfindungsgemäß wurde gefunden, daß durch Rührverfahren, welche üblicherweise zum Mischen von Flüssigkeiten oder leicht beweglichen Suspensionen verwendet werden, sich aus einem kohlenstoffhaltigen Pulver und einem Bindemittel kugelförmige Aktivkohlen bzw. Aktivkohlerohlinge formen lassen. Dabei werden die Rührorgane wie Blattührer, Propellerrührer oder Ankerrührer bevorzugt senkrecht oder schräg in Rührbehältern ausgerichtet.

Im Gegensatz zu den im Stand der Technik ebenfalls teilweise verwendeten Verfahren des Granulatformens oder Pelletierens zur Herstellung der Formaktivkohle, welche auf einer rollenden Bewegung in Pelletiertellern, Pelletier-

trommeln oder auch in Schneckenmischern basieren und bei welchen die Apparateorgane keine Kräfte auf die entstehenden Pellets auswirken, ist es bei den erfindungsgemäßen Rührern durchaus gewünscht, daß die Rührorgane mechanische Kräfte auf die entstehenden Pellets auswirken. Auf diese Weise wird eine höhere Verdichtung und Adhäsion innerhalb der Pellets erreicht.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren lassen sich durch Wahl der Betriebsbedingungen kugelförmige Aktivkohlen mit Durchmessern von typischerweise 0,5 mm bis 15 mm und spezifischen Oberflächen von typischerweise 500 bis 1500 m²/g (BET) herstellen. Der Kugeldurchmesser läßt sich unter anderem durch die Form des Rührbehälters, durch die Art der Rührorgane, deren Anzahl und Anordnung im Rührbehälter, durch den Füllstand, durch die Verweilzeit der Mischung im Rührbehälter, durch die Betriebstemperatur, durch die Rührgeschwindigkeit und auch durch die Wahl des Mischungsverhältnisses von kohlenstoffhaltigem Pulver zu Bindemittel sowie die Zugabe eines oder mehrerer Zuschlagstoffe beeinflussen.

Die durch das Rühren hergestellten kugelförmigen Aktivkohlerohlinge können anschließend einer Karbonisierung unter einer inerten Atmosphäre und einer Aktivierung unter einer oxidierenden Atmosphäre unterzogen werden. Vorzugsweise finden diese Schritte in einem Wirbelschicht- oder Drehrohrförmigen statt.

Als kohlenstoffhaltiges Pulver eignet sich beispielsweise Holzkohle oder Koks aus Nußschalen und Fruchtkörnern. Als Bindemittel können z. B. Melasse, Teer und/oder Pech eingesetzt werden. Zuschlagstoffe wie pulverisierter Klärschlamm, Holzkohle-, Steinkohleteer, etc. können vor oder während des Rührens zugegeben werden.

Bei der Herstellung der kugelförmigen Aktivkohlepellets ist es bevorzugt, das kohlenstoffhaltige Pulver vorzulegen und das Bindemittel unter Rühren hinzuzufügen. Andere Vorgehensweisen sind jedoch gleichfalls denkbar. Die Rührgeschwindigkeit wird bevorzugt zwischen 500 und 2000 U/min und besonders bevorzugt zwischen 600 und 800 U/min eingestellt. Die Temperatur während des Rührens sollte bevorzugt zwischen 20 und 80°C und besonders bevorzugt zwischen 40 und 60°C betragen. Vorteilhaft ist ein Mischverhältnis von kohlenstoffhaltigem Pulver zu Bindemittel von weniger als 90 : 10 Gewichtsanteilen und bevorzugt zwischen 60 : 40 und 50 : 50 Gewichtsanteilen. Zuschlagstoffe können in Gewichtsanteilen bis zu 20 zugegeben werden.

Nachfolgend werden mehrere Ausführungsbeispiele zur Herstellung von kugelförmigen Aktivkohlen und Aktivkohlerohlingen beschrieben.

1. Ausführungsbeispiel

600 g Holzkohlepulver mit einer Korngröße von weniger als 63 µm werden in einem Rührbehälter, der eine Höhe von 150 mm und einen Durchmesser von 150 mm aufweist, vorgelegt. Über einen Zeitraum von 10 min werden 400 g Melasse hinzugefügt, so daß sich ein Füllstand von 75 mm ergibt. Bei einer Temperatur von 60°C wird mit einem dreistufigen Rührer (zwei Propellerrührer, ein Bananenrührer) bei einer Rührgeschwindigkeit von 800 Umdrehungen/min vermischt. Die Verweilzeit der Mischung im Rührbehälter beträgt 10 min. Während des Rührens können Zuschlagstoffe wie beispielsweise Steinkohleteer zugegeben werden. Es entstehen kugelförmige Aktivkohlerohlinge mit einem Durchmesser von 0,5 bis 10 mm.

Eine anschließende Karbonisierung und Aktivierung der Aktivkohlerohlinge wird in einem Wirbelschichtreaktor durchgeführt. Dabei beträgt die Länge des Reaktionsrohres

1000 mm und der Durchmesser 80 mm. Die Karbonisierung findet bei einer Temperatur von 600°C unter Stickstoffatmosphäre ($\dot{V} = 1\text{--}5\text{ m}^3/\text{h}$) statt und dauert ungefähr 1 Stunde. Die darauffolgende Aktivierung wird bei 850°C für 1,5 h unter oxidierender Wasserdampf-atmosphäre durchgeführt. Der Gesamtvolumenstrom beträgt hierbei $5\text{ m}^3/\text{h}$ mit einem Wasserdampfanteil von 20 Mol-%. Die derart hergestellten kugelförmigen Aktivkohlen besitzen eine spezifische Oberfläche von $950\text{ m}^2/\text{g}$ (BET) und eine Rütteldichte von $0,49\text{ g/ml}$.

2. Ausführungsbeispiel

Die Herstellung der Aktivkohle erfolgt wie beim ersten Ausführungsbeispiel.

Eine anschließende Karbonisierung und Aktivierung wird in einem Drehrohrförmigen durchgeführt. Dabei beträgt die Länge des Reaktionsrohres 300 mm und der Durchmesser 300 mm. Die Karbonisierung findet bei einer Temperatur von 550°C unter Stickstoffatmosphäre ($\dot{V} = 0,15\text{ m}^3/\text{h}$) statt und dauert ungefähr 1,5 h. Die darauffolgende Aktivierung wird bei 850°C für 2 h unter oxidierender Wasserdampf-atmosphäre durchgeführt. Der Gesamtvolumenstrom beträgt hierbei $1\text{ m}^3/\text{h}$ mit einem Wasserdampfanteil von 80 Mol-%. Die derart hergestellten kugelförmigen Aktivkohlen besitzen eine spezifische Oberfläche von $900\text{ m}^2/\text{g}$ (BET) und eine Rütteldichte von $0,4\text{ g/ml}$.

3. Ausführungsbeispiel

300 g Holzkohlepulver mit einer Korngröße von weniger als $63\text{ }\mu\text{m}$ werden in einem Rührbehälter, der eine Höhe von 150 mm und einen Durchmesser von 150 mm aufweist, vorgelegt und auf 60°C aufgeheizt. Über einen Zeitraum von 3 min werden 150 g Melasse hinzugefügt, so daß sich ein Füllstand von 40 mm ergibt. Bei einer Temperatur von 60°C wird bei einer Rührergeschwindigkeit von 700 U/min vermischt. Die Verweilzeit der Mischung im Rührbehälter beträgt 10 min. Es entstehen überwiegend kugelförmige Aktivkohlerohlinge mit einem Durchmesser von 0,5 bis 1 mm.

4. Ausführungsbeispiel

250 g Holzkohlepulver mit einer Korngröße von weniger als $63\text{ }\mu\text{m}$ werden in einem Rührbehälter, der eine Höhe von 150 mm und einen Durchmesser von 150 mm aufweist, vorgelegt und auf 60°C aufgeheizt. Über einen Zeitraum von 3 min werden 150 g Melasse hinzugefügt, so daß sich ein Füllstand von 40 mm ergibt. Bei einer Temperatur von 60°C wird bei einer Rührergeschwindigkeit von 800 U/min vermischt. Die Verweilzeit der Mischung im Rührbehälter beträgt 10 min. Es entstehen überwiegend kugelförmige Aktivkohlerohlinge mit einem Durchmesser von 4 bis 7 mm.

5. Ausführungsbeispiel

300 g Holzkohlepulver mit einer Korngröße von weniger als $63\text{ }\mu\text{m}$ werden in einem Rührbehälter, der eine Höhe von 150 mm und einen Durchmesser von 150 mm aufweist, vorgelegt und auf 60°C aufgeheizt. Über einen Zeitraum von 5 min werden 220 g Melasse hinzugefügt, so daß sich ein Füllstand von 45 mm ergibt. Bei einer Temperatur von 60°C wird bei einer Rührergeschwindigkeit von 600 U/min vermischt. Die Verweilzeit der Mischung im Rührbehälter beträgt 20 min. Während des Rührens wird Steinkohleteer zugegeben. Es entstehen überwiegend kugelförmige Aktivkohlerohlinge mit einem Durchmesser von 2 bis 5 mm.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von kugelförmigen Aktivkohlen oder Aktivkohlerohlingen durch Mischen eines kohlenstoffhaltigen Pulvers mit einem Bindemittel, **dadurch gekennzeichnet**, daß das kohlenstoffhaltige Pulver und das Bindemittel in einem Rührbehälter mit Hilfe eines oder mehrerer rotierender Rührorgane gemischt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß eine Rührgeschwindigkeit zwischen 500 und 2000 U/min eingestellt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß beim Rühren eine Temperatur zwischen 20 und 80°C eingestellt wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß ein mehrstufiges Rühren durchgeführt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß während des mehrstufigen Rührens unterschiedliche Rührorgane verwendet werden.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das kohlenstoffhaltige Pulver vorgelegt wird und das Bindemittel unter Rühren hinzugefügt wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß ein Mischverhältnis von kohlenstoffhaltigem Pulver zu Bindemittel zwischen 90 : 10 und 50 : 50 Gewichtsanteilen eingestellt wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß ein oder mehrere Zuschlagstoffe vor oder während des Rührens zugegeben werden.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Aktivkohlerohlinge einer Karbonisierung und Aktivierung unterzogen werden.

- Leerseite -